

Využití analyzátorů IONOSEP pro analýzu vod

Doc. Ing. František KVASNIČKA, CSc.

Kapilární isotachoforesa nebo její kombinace se zónovou elektroforesou je svými vlastnostmi velmi vhodnou metodou pro ionogenních látek ve vodě (pitná, povrchová i odpadní). Existuje celá řada látek obsažených ve vodách, které jsou významným ukazatelem jeho kvality a zdravotní nezávadnosti. Jde zejména o anorganické anionty (dusičnany, fluoridy, fosfáty, dusitany, bromičnany a chloritany), anorganické kationty (amoniak, alkalické kovy a kovy alkalických zemin, železo), profil organických kyselin během čištění odpadních vod (nižší těkavé kyseliny), huminové látky a další (fenoly a nitrofenoly v odpadních vodách, organické kyseliny v provozních vodách potravinářských výroby).

Stanovení anorganických aniontů

Obsah aniontů ve vodách a především ve vodách pitných je důležitým kritériem hodnocení jejich kvality. Během jedné analýzy lze pomocí isotachoforetického analyzátoru IONOSEP 2003 stanovit dusičnan, síran, fluorid a fosforečnan. Jako vzorky přicházejí v úvahu pitná, povrchová a odpadní voda..

Úprava vzorku:

V případě analýz minerálních vod je nutno zbavit vzorek volného oxidu uhličitého zahřátím nebo ultrazvukem. Ředění vzorku závisí na jeho povaze. Detekční limity pro neředěné vzorky jsou 0,5 mg/l pro dusičnan, fosforečnan a síran a 0,25 mg/l pro fluorid.

Podmínky analýzy:

Vedoucí elektrolyt: 10 mM HCl + 10 mM β -alanin + 3 mM BTP¹ + 0,1% HPMC² (pH 3,6)

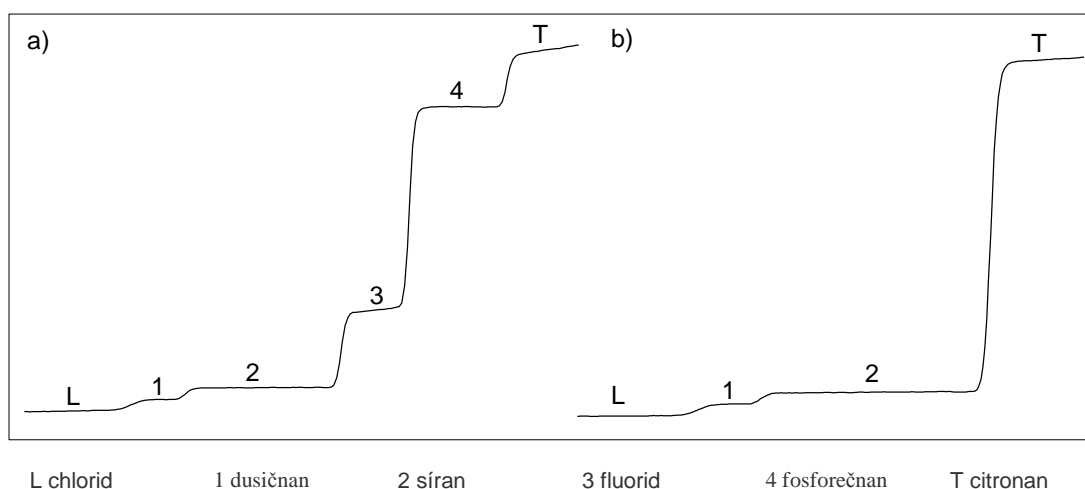
Koncový elektrolyt: 10 mM citronan lithný

Hnací proud: počáteční 80 μ A, koncový 30 μ A

Doba analýzy: 20 minut

Mód analýzy: anionický

Analýza modelové směsi (a) a vzorku pitné vody (b)



¹ 1,3-bis[tris(hydroxymethyl)methylamino]propan, bis-tris-propan

² hydroxypropylmethyl celuloza

Stanovení anorganických kationtů ve vodě

Obsah kationtů ve vodách a především ve vodách pitných je důležitým kritériem hodnocení jejich kvality. Během jedné analýzy lze pomocí isotachoforetického analyzátoru IONOSEP 2003 stanovit amonný kation, draslík, sodík, vápník a hořčík ve vodě. Jako vzorky přicházejí v úvahu pitná (studniční či minerální), povrchová a odpadní voda.

Úprava vzorku:

Ředění vzorku závisí na jeho povaze. V případě analýz minerálních nebo sycených vod je nutno zbavit vzorek volného oxidu uhličitého zahřátím nebo ultrazvukem. Před analýzou je též nutné odstranit mechanické nečistoty filtrací nebo odstředěním. Detekční limity jsou pro amonný ion 0,2 mg/l, pro draslík 0,4 mg/l, pro sodík a vápník 0,2 mg/l a pro hořčík 0,1 mg/l.

Podmínky analýzy:

Vedoucí elektrolyt: 7,5 mM H₂SO₄ + 7 mM-18-crown-6 ether + 0,1% HPMC¹

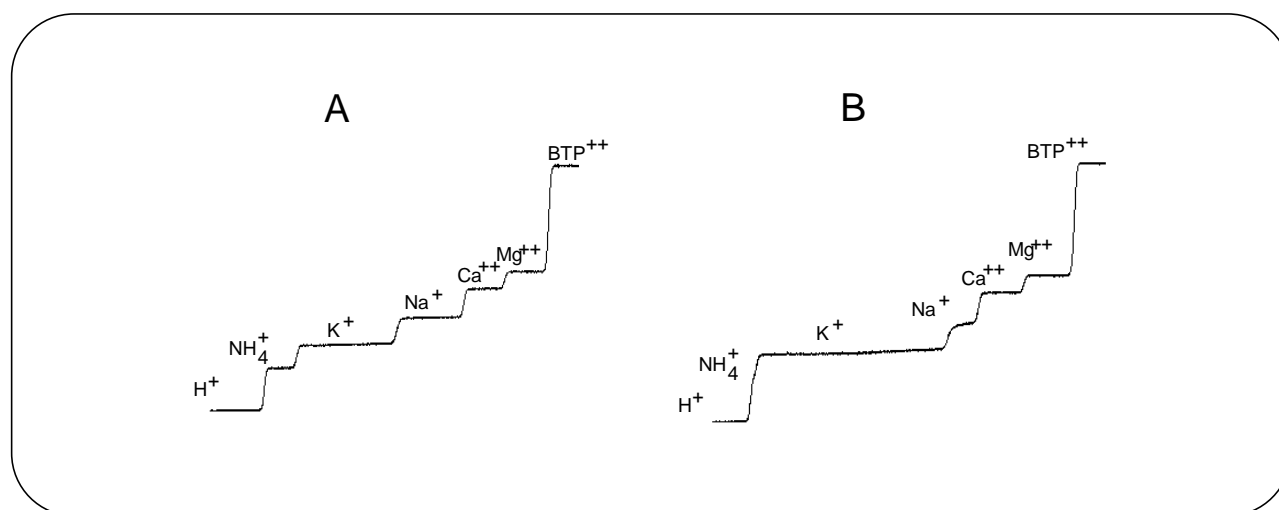
Koncový elektrolyt: 10 mM BTP¹ + 5 mM octová kyselina

Hnací proud: počáteční 100 μA, koncový 50 μA

Doba analýzy: 15 minut

Mód analýzy: kationický

Analýza modelové směsi kationtů (1,7 mg NH₃/l, 10 mg K/l, 2,5 mg Na/l, 2 mg Ca/l a 1,25 mg Mg/l) (A) a vzorku 20x zředěný povrchové vody (B)



L hydroxonium

1 amonný

2 draslík

3 sodík

4 vápník

5 hořčík

T BTP

¹ hydroxypropylmethyl celuloza

¹ 1,3-bis[tris(hydroxymethyl)methylamino]propan (BisTrisPropan)

Stanovení draslíku, sodíku, vápníku a hořčíku ve vodě

Obsah kationtů ve vodách a především ve vodách pitných je důležitým kritériem hodnocení jejich kvality. Během jedné analýzy lze pomocí isotachoforetického analyzátoru IONOSEP 2003 stanovit draslík, sodík, vápník a hořčík ve vodě. Jako vzorky přicházejí v úvahu pitná, povrchová a odpadní voda.

Úprava vzorku:

Ředění vzorku závisí na jeho povaze. V případě analýz minerálních vod je nutno zbavit vzorek volného oxidu uhličitého zahřátím nebo ultrazvukem.

Detekční limity jsou pro draslík 0,4 mg/l, pro sodík a vápník 0,2 mg/l a pro hořčík 0,1mg/l.

Podmínky analýzy:

Vedoucí elektrolyt: 7,5 mM H₂SO₄ + 0,1% HPMC¹

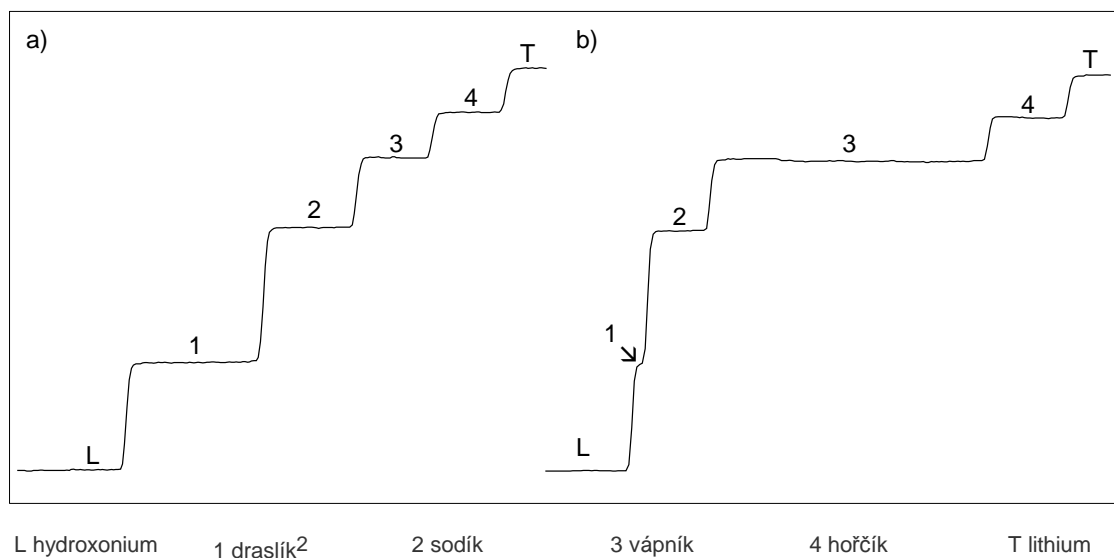
Koncový elektrolyt: 10 mM citronan lithný

Hnací proud: počáteční 100 μA, koncový 50 μA

Doba analýzy: 15 minut

Mód analýzy: kationický

Analýza modelové směsi (a) a vzorku pitné vody (b)



¹ hydroxypropylmethyl celuloza

² draslík migruje ve směsné zóně s amonným iontem

Stanovení amoniaku, draslíku, sodíku, vápníku a hořčíku v kapalných vzorcích

Obsah kationtů v kapalných vzorcích (pitné vody, nápoje) je důležitým kritériem hodnocení jejich kvality. Během jedné analýzy lze pomocí izotachforetického analyzátoru IONOSEP 2003 stanovit amonný ion, draslík, sodík, vápník a hořčík ve vodě. Jako vzorky přicházejí v úvahu pitná voda a nápoje, povrchová a odpadní voda.

Úprava vzorku:

Ředění vzorku závisí na jeho povaze. V případě analýz minerálních nebo sycených vod je nutno zbavit vzorek volného oxidu uhličitého zahřátím nebo ultrazvukem. Před analýzou je též nutné odstranit mechanické nečistoty filtrací nebo odstředěním. Detekční limity jsou pro amonný ion 0,2 mg/l, pro draslík 0,4 mg/l, pro sodík a vápník 0,2 mg/l a pro hořčík 0,1 mg/l.

Podmínky analýzy:

Vedoucí elektrolyt: 7,5 mM H₂SO₄ + 7 mM-18-crown-6 + 0,1% HPMC¹

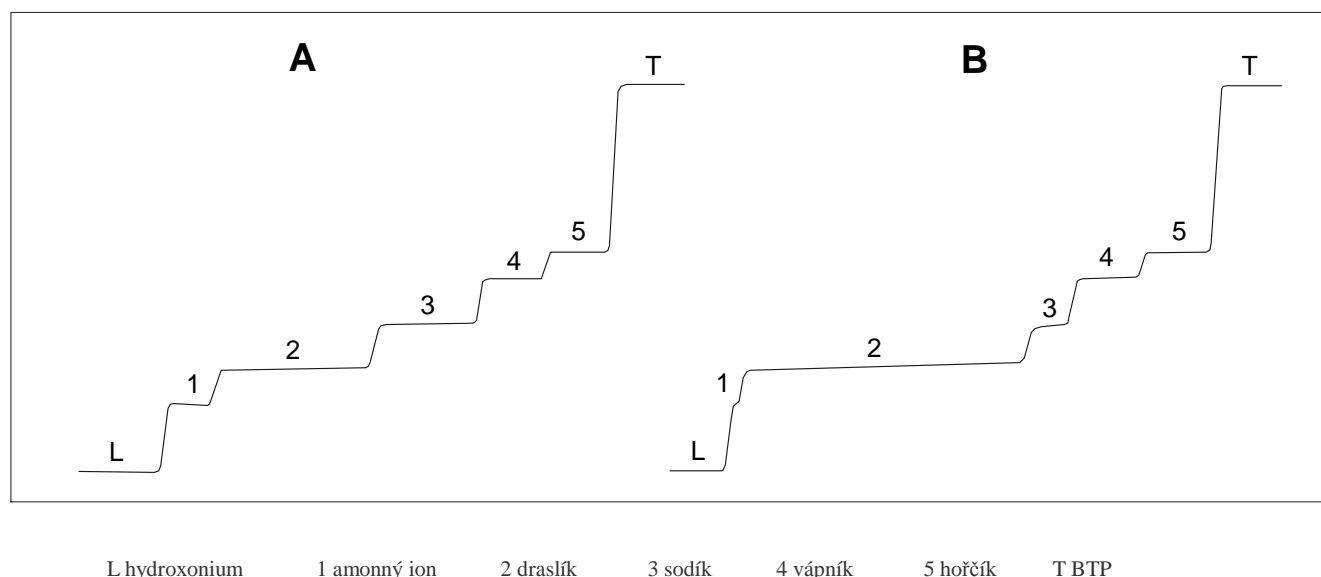
Koncový elektrolyt: 10 mM BTP²

Hnací proud: počáteční 100 μA, koncový 50 μA

Doba analýzy: 15 minut

Mód analýzy: kationický

Analýza modelové směsi kationtů (1,7 mg NH₃/l, 10 mg K/l, 2,5 mg Na/l, 2 mg Ca/l a 1,25 mg Mg/l) (A) a vzorku 100x zředěného pomerančového džusu (B)



¹ hydroxypropylmethyl celuloza

² 1,3-bis[tris(hydroxymethyl)methylamino]propan (BisTrisPropan)

Stanovení bromičnanů a chloritanů ve vodě metodou kapilární isotachoforesa – zónová elektroforesa

Při úpravě pitné vody pomocí chemicky reaktivních dezinfekčních látek (chlorování, ozonizace) vznikají zdraví škodlivé vedlejší produkty a to zejména chloritany a bromičnany. Vyhláška č. 252/2004 Sb stanoví přípustné limity pro chloritany 400 mg/l (mezní hodnota) do 24. prosince 2006 a pro bromičnany 25 mg/l (nejvyšší mezní hodnota) do 24. prosince 2008 a pro ukazatel "olovo" platí hygienický limit 25 mg/l (nejvyšší mezní hodnota) do 24. prosince 2013. Simultánní stanovení chloritanů a bromičnanů je možné provést metodou založenou na on-line spojení kapilární izotachoforézy a kapilární elektroforézy s vodivostní detekcí, kterou lze dosáhnout LOD požadovaný Evropskou komisí. Její výhodou oproti rozšíření technice IC je rychlost analýzy a zejména výrazně nižší investiční i provozní náklady. Tyto látky je možné stanovit v pitné vodě za pomoci dvoukapilárového analyzátoru IONOSEP 2002/2004 vybaveného vodivostním CZE detektorem. Vedle bromičnanů a chloritanů lze stanovit dusitany a fluoridy³.

Úprava vzorku:

Do vzorku pitné vody se přidá jako stabilizátor ethylendiamin (EDA) v množství 50 mg/l a vzorek se přímo dávkuje do analyzátoru pomocí dávkovacího kohoutu. EDA se taktéž používá do kalibračních roztoků.

Podmínky analýzy:

Instrument: dvoukapilárový analyzátor IONOSEP 2002/2004, předseparační kapilára - 110 x 0.5 mm; analytická kapilára - 300x0.25 mm

Vedoucí elektrolyt: 10 mM HCl + 20 mM β -alanin + 0,1% HEC⁴

Zakončující elektrolyt: 5 mM jantarová kyselina

Nosný elektrolyt: 10 mM jantarová kyselina + 5 mM β -alanin + 0,1% HEC

Hnací proud: předseparační 120 μ A; analytická 20 μ A

Mód: anionický

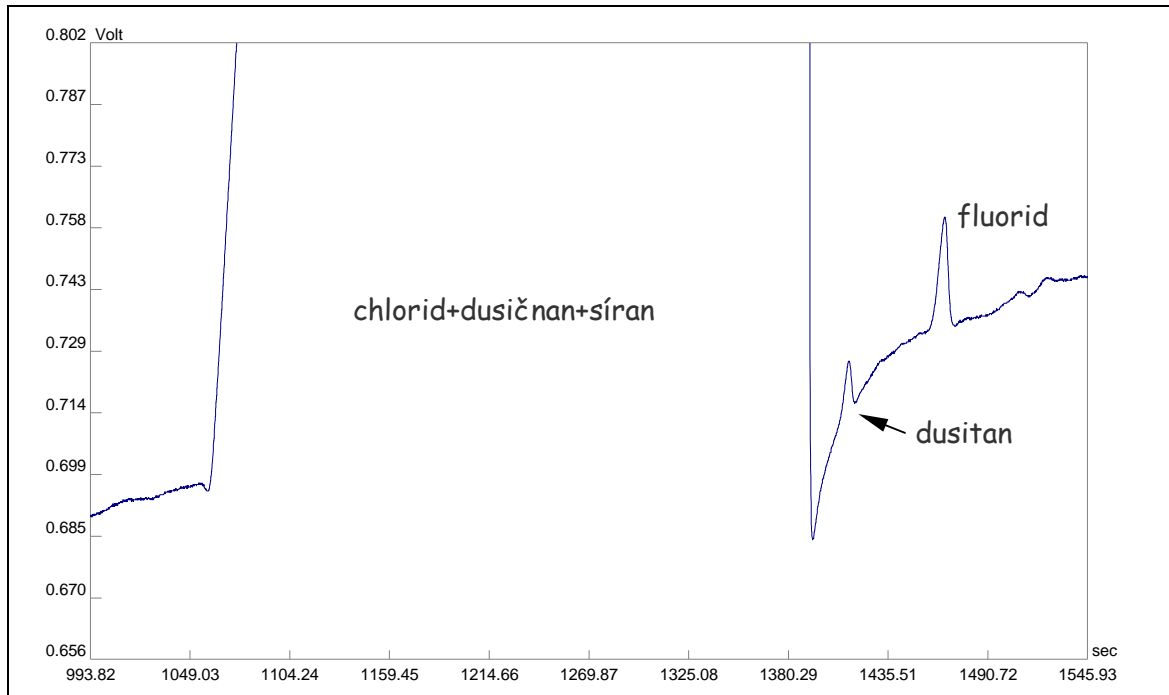
Detekce: vodivostní

Doba analýzy: 25 minut

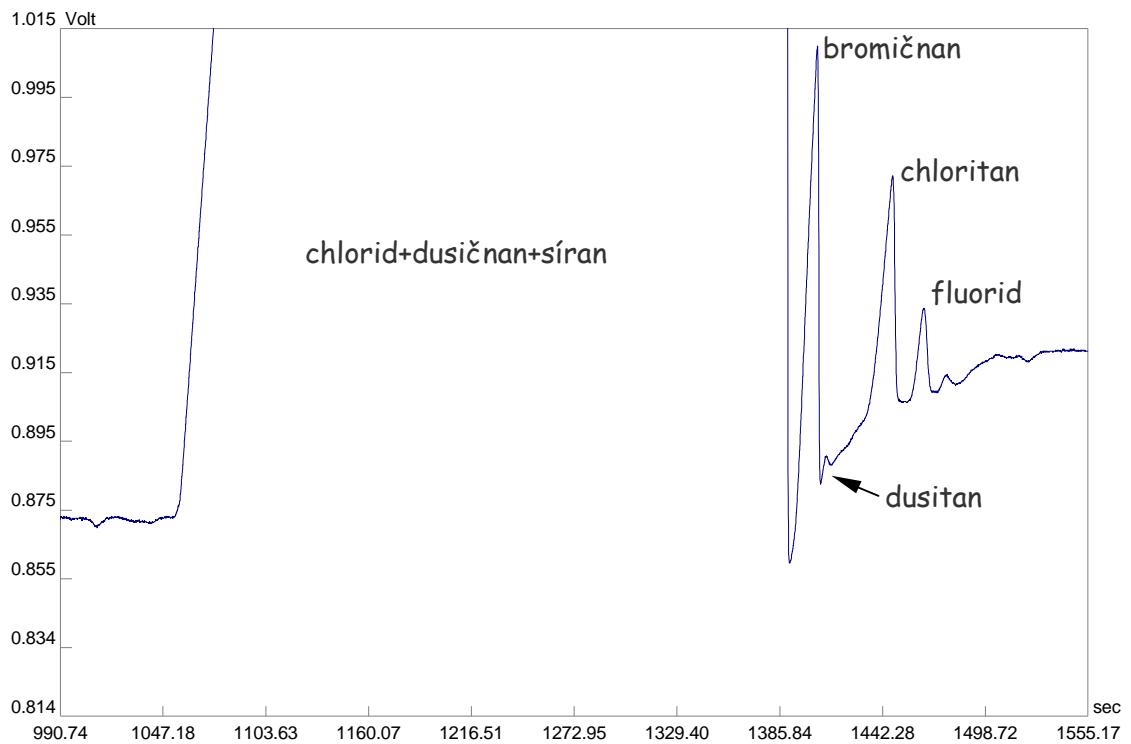
³ Kvasnička, F., Rousová, D., Manda, J., Kollerová, L. a Janda, V.: Determination of Inorganic Oxyhalides in Drinking Water by On-Line Coupled Capillary Isotachophoresis - Zone Electrophoresis, *CEJC* 3(1), 137-145 (2005). (ISSN 1644-3624)

⁴ hydroxyethylcelulosa

Analýza pitné vody (záznam z CZE detektoru)



Analýza pitné vody (záznam z CZE detektoru) s přidavkem bromičnanů a chloritanů (100 µg/l)



Stanovení železa ve vodě

Obsah železa ve vodách a především ve vodách pitných je důležitým kritériem hodnocení jejich kvality. Během jedné analýzy lze pomocí isotachoforetického analyzátoru IONOSEP 2002 stanovit železo ve formě komplexu s EDTA (ethylendiamintetraoctová kyselina, chelaton 3). Pro koncentrace desítky až stovky $\mu\text{g/l}$ Fe ve vzorku se používá kombinace izotachoforéza/zónová elektroforéza. Komplex EDTA-Fe se detektuje UV-detektorem při 254 nm. Jako vzorky přicházejí v úvahu pitná, povrchová a odpadní voda.

Úprava vzorku:

Pro uvolnění železa z komplexů se vzorek vody okyselí přidávkem kyseliny dusičné na pH 2 – 3 (0,5 ml konc. HNO_3 /l vody). Do 50ml odměrné baňky se odpipetuje vzorek vody (podle obsahu železa 5 až 25 ml), přidá 0,5 ml 10 mM-EDTA a baňka doplní deionizovanou vodou po značku. Po promíchání se obsah analyzuje na IONOSEPu 2002 za níže uvedených podmínek. V případě analýz minerálních vod je nutno zbavit vzorek volného oxidu uhličitého zahřátím nebo ultrazvukem. Detekční limit pro železo je 0,01 mg/l (neředěný vzorek).

Podmínky analýzy – kombinace izotachoforéza/elektroforéza:

Vedoucí elektrolyt: 10 mM HCl + 20 mM β -alanin + 0,05% HEC

Koncový elektrolyt: 10 mM kyselina octová + 2 mM β -alanin

Nosný elektrolyt: 50 mM kyselina octová + 10 mM β -alanin + 0,1% HEC

Hnací proud: předseparační kapilára 150 μA , separační kapilára 30 μA

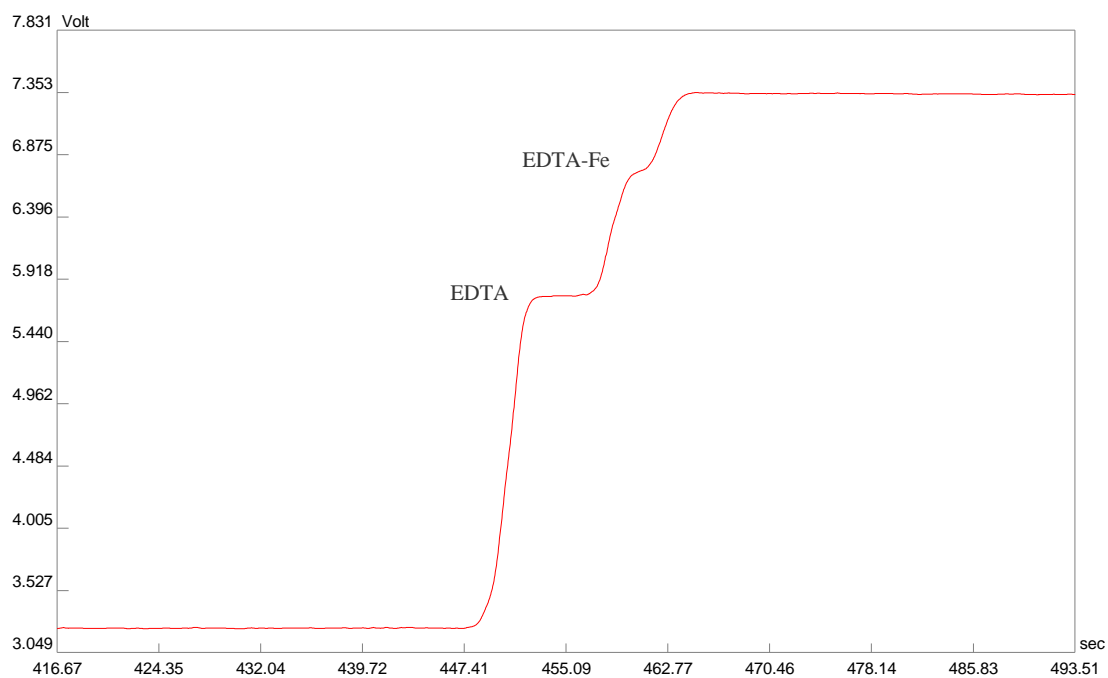
Doba analýzy: 20 minut

Mód analýzy: anionický

Analýza pitné vody s přídavkem 1 mg Fe/l

Záznam vodivostního detektoru předseparační kapiláry – ITP krok (A) a záznam z UV detektoru při 254 nm analytické kapiláry – CZE krok (B).

A



B

